

[First Hit](#) [Previous Doc](#) [Next Doc](#) [Go to Doc#](#)

End of Result Set

☐ [Generate Collection](#) [Print](#)

L1: Entry 1 of 1

File: DWPI

Oct 6, 1994

DERWENT-ACC-NO: 1994-342500

DERWENT-WEEK: 199443

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Process to remove gas from porous polymer powders, flushes powders with non-absorbing gas while subject to ultrasonic energy - speeds the rate at which removal takes place.

INVENTOR: BRINKE, G; FRIESE, K ; SCHMIDT, P

PRIORITY-DATA: 1977DD-0197971 (March 22, 1977)

[Search Selected](#)[Search ALL](#)[Clear](#)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|--|-----------------|----------|-------|------------|
| <input type="checkbox"/> <u>DD 301979 A7</u> | October 6, 1994 | | 003 | B01J019/10 |

INT-CL (IPC): B01J 19/10

ABSTRACTED-PUB-NO: DD 301979A

BASIC-ABSTRACT:

In a process to remove gaseous, vapours or liquid organic or inorganic elements or chemical compounds from powders, esp. porous powders or organic polymers, the powder is flushed by a virtually non-absorbing gas or vapour such as hydrogen, air, nitrogen, inert gas, water or carbon dioxide. The novelty is that the flushing process is undertaken while ultrasonic energy is directed at the powder at an intensity of 0.5 Watt/cm² or more.

USE - The process removes gases, vapours and fluid elements from powders such as active carbon, aluminium oxide, zeolite, bentonite, silicon dioxide, polymer powders.

ADVANTAGE - The time taken to remove the gases is reduced in comparison with previous methods.

[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#)

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 301 979 A7**

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 06. 09. 1950

5(51) B 01 J 19/10

DEUTSCHES PATENTAMT

| | | | | |
|------|-----------------------|------|------------|---|
| (21) | DD B 01 J / 197 971 5 | (22) | 22. 03. 77 | Datum des Erteilungsbeschlusses: 28. 04. 78 |
| | | | | (45) 06. 10. 94 |
| | | | | (47) 07. 05. 92 |

(72) Friese, Klaus, Dipl.-Chem. Dr., 04109 Leipzig, DE; Schmidt, Peter, Dipl.-Chem. Dr., 06766 Wolfen, DE;
Brinke, Günter, Dipl.-Ing., 06114 Halle, DE
(73) siehe (72)

(54) **Verfahren zur Entgasung von Pulvern**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von gasförmigen, dampfförmigen oder flüssigen organischen oder anorganischen Elementen oder chemischen Verbindungen aus Pulvern, insbesondere aus porösen Pulvern organischer Polymerer und ist dadurch gekennzeichnet, daß die Pulver mit einem praktisch nicht adsorbierbaren Gas oder Dampf, wie Wasserstoff, Edelgas, Luft, Stickstoff oder Wasserdampf, unter Einwirkung von Ultraschall gespült werden. Die Schallstärke sollte größer als $0,5 \text{ W/cm}^2$ sein; die Schallfrequenz kann im üblichen Ultraschallbereich von 10^4 bis 10^9 Hz liegen. Folgende Pulver können z. B. behandelt werden: Aktivkohle, Aluminiumoxid, Zeolithe, Bentonite, Siliziumdioxid, Molsiebo, Polymerpulver.

Patentanspruch:

Verfahren zur Entfernung von gasförmigen, dampfförmigen oder flüssigen organischen oder anorganischen Elementen oder chemischen Verbindungen aus Pulvern, insbesondere aus porösen Pulvern organischer Polymerer, durch Spülen des Pulvers mit einem praktisch nicht adsorbierbaren Gas oder Dampf, wie Wasserstoff, Luft, Stickstoff, Edelgas, Wasser oder Kohlendioxid, dadurch gekennzeichnet, daß das Spülen unter Einwirkung von Ultraschall mit einer Schallstärke von mindestens $0,5 \text{ Watt/cm}^2$ durchgeführt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von gasförmigen, dampfförmigen oder flüssigen organischen oder anorganischen Elementen oder chemischen Verbindungen aus Pulvern, insbesondere aus porösen Pulvern organischer Polymerer.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß Pulver, die in Trennprozessen für organische oder anorganische Elemente oder chemische Verbindungen eingesetzt wurden oder die einer chemischen Reaktion unterworfen wurden, bei der gasförmige oder flüssige Reaktionsprodukte entstehen, oder die aus gasförmigen oder flüssigen Verbindungen hergestellt wurden und noch Reste dieser Verbindungen enthalten, die gasförmigen, dampfförmigen oder flüssigen Elemente oder Verbindungen sehr hartnäckig festhalten. Die bisher üblichen Methoden der Entgasung oder Regenerierung von Pulvern sind Temperaturerhöhung, Druckminderung, Verdrängung durch adsorbierbare Stoffe, Spülung mit praktisch nicht adsorbierbaren Gasen oder Dämpfen, die Extraktion mit Lösungsmitteln oder Kombinationen der genannten Methoden. (Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4. Auflage, Bd. 2, S. 610 ff., Verlag Chemie GmbH, Weinheim 1972)

Als schnelle und häufig angewandte Methode hat sich hierbei die Aufheizung durch Temperaturerhöhung bewährt, wobei Temperaturen bis 700°C angewandt werden. Nachteilig ist bei diesen Methoden, daß sie zeitaufwendig sind, da sie an Diffusionsprozesse gebunden sind, und daß die Temperaturerhöhung bei thermisch empfindlichen Pulvern, wie Katalysatoren oder Polymerpulvern, nicht oder nur in einem sehr geringen und dadurch nicht sehr wirksamen Bereich anwendbar ist.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines Verfahrens, das es gestattet, in kurzen Zeiten gasförmige, dampfförmige oder flüssige Elemente oder Verbindungen aus Pulvern zu entfernen.

Wesen der Erfindung

Erfindungsgemäß wird die Entfernung der gas- oder dampfförmigen oder flüssigen Elemente oder Verbindungen durch Spülen mit einem praktisch nicht adsorbierbaren Gas oder Dampf, wie Wasserstoff, Edelgas, Luft, Stickstoff oder Wasserdampf, unter Einwirkung von Ultraschall durchgeführt.

Als Ultraschallquelle kann ein üblicher Ultraschallwandler (piezoelektrisch, magnetostruktiv o. ä.) in Verbindung mit einem Schwingwerkzeug, Schwingungsüberträger oder Schallgeber eingesetzt werden. Auch andere Ultraschallerzeuger (Pfeifen, Sirenen) kommen in Frage. Wichtig ist, daß das Pulver direkt mit dem Schwingungsüberträger in Kontakt gebracht wird. Die angewandte Schallstärke bestimmt die Effektivität des Verfahrens. Schon eine Schallstärke von $0,5 \text{ W/cm}^2$ zeigt Wirkung; die optimale Schallstärke hängt vom Volumen bzw. der Menge des zu entgasenden Pulvers, der Art des Gases, des Dampfes bzw. der Flüssigkeit ab. Allgemein bewirkt eine Erhöhung der Schallstärke eine Abkürzung der Behandlungsdauer bzw. eine Zunahme der in der Zeiteinheit behandelbaren Menge an Pulver. Die angewandte Schallfrequenz ist gegenüber der Schallstärke von sekundärer Bedeutung. Sie kann im üblichen Ultraschallbereich von 10^4 bis 10^9 Hz liegen, jedoch ist der untere Bereich wegen der mechanischen Abmessungen besonders bevorzugt.

Folgende Pulver können beispielsweise nach diesem Verfahren von gelösten oder adsorbierten gas- oder dampfförmigen oder flüssigen organischen oder anorganischen Elementen oder chemischen Verbindungen befreit werden: Aktivkohle, Aluminiumoxid, Zeolithe, Bentonite, Siliziumdioxid, Molsiehe, Polymerpulver. Die Pulver können zuvor in Trennprozessen oder als Katalysatoren eingesetzt worden sein, sie können die gelösten oder adsorbierten Elemente oder Verbindungen aus einer chemischen Reaktion enthalten, wie bei Halogenierungs- oder Pfropfreaktionen, die an oder mit diesen Pulvern durchgeführt wurden, und sie können sie als Reste von ihrer Herstellung her, z. B. als Monomere oder Lösungsmittel, enthalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren führt zu einer wesentlichen Abkürzung der Zeit für die Entfernung der genannten Stoffe aus Pulvern von mehreren Stunden bis auf wenige Minuten oder Sekunden. Außerdem kann dieses Verfahren auch bei niedrigen Temperaturen angewandt werden, so daß die Entfernung der gasförmigen oder flüssigen Elemente oder Verbindungen aus den Pulvern direkt unter den jeweiligen Prozeßbedingungen durchgeführt werden kann, wobei mitunter auch wesentlich weniger Spülgas benötigt wird. Ein weiterer Vorteil ist die Anwendbarkeit auf thermisch nicht sehr beständige Pulver, wie Katalysatoren oder Polymere, bei denen die Entfernung der anhaftenden Elemente oder Verbindungen teilweise sogar ohne zusätzliche Erwärmung bei Raumtemperatur erfolgen kann.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

Mit Lösungsmitteln aus einer Lösungsmittel-Rückgewinnungsanlage gesättigte Aktivkohle wird zur Regenerierung mit überhitztem Wasserdampf behandelt. Hierbei werden pro Kilogramm rückgewonnenes Lösungsmittel 3 kg Wasserdampf benötigt. Läßt man dagegen die mit Lösungsmittel gesättigte Aktivkohle gemeinsam mit dem Wasserdampfstrom auf die Wirkfläche eines Ultraschallgebers mit einer Leistung von $150\text{W}/\text{cm}^2$ aufprallen, wobei der Ultraschallgeber ständig gekühlt wird, so genügt eine Wasserdampfmenge von 1,5 kg pro kg Lösungsmittel, um die Aktivkohle vom Lösungsmittel zu befreien. Hierbei wird ein Durchsatz von 20 kg Aktivkohle pro Stunde und Ultraschallgeber erreicht.

Beispiel 2

Pulverförmiges Filtrol, ein Katalysator zum Cracken von Kohlenwasserstoffen nach der Thermophor-Methode auf der Basis von natürlichem Bentonit, der nach der Crack-Reaktion Reste von Kohlenwasserstoffen und kohleähnlichen Produkten enthält, wird normalerweise bei hohen Temperaturen durch Luftbehandlung regeneriert. Hierbei findet bei 10stündiger Luftbehandlung bei 775°C bereits eine deutliche Aktivitätsabnahme statt. Erfolgt dagegen die Behandlung wie im Beispiel 1 mit Ultraschall, so ist eine Erniedrigung der Regenerierungstemperatur auf 250°C und eine Abkürzung der Luftbehandlung um 4 Stunden bei gleichbleibender Katalysatoraktivität zu verzeichnen.

Beispiel 3

200 g Polystyrolpulver, das von seiner Herstellung her noch geringe Reste an monomerem Styrol enthält, werden in einem Glaskolben mit Gasinleitung und -ausleitung, der in ein Ultraschall-Waschbad von 25°C taucht, mit einer Ultraschallfrequenz von 40 kHz und einer Schallstärke von $5\text{W}/\text{cm}^2$ beschallt. Während des Vorgangs wird ein geringer Luftstrom durch das Pulver geleitet. Der Restmonomerengehalt sinkt hierbei von 150 ppm innerhalb von 15 Minuten auf 20 ppm. Wird der Prozeß in der gleichen Weise ohne Einschalten der Ultraschallquelle durchgeführt, ist innerhalb von 15 Minuten keine merkliche Verringerung des Styrolgehalts im Pulver festzustellen, und erst nach 3 Stunden beträgt der Restmonomerengehalt 90 ppm. Ähnlich sind die Werte bei der Entfernung der Restmonomeren aus Polyvinylchloridpulver.

Beispiel 4

Poröses Pulver aus chloriertem PVC, das nach dem Verfahren der direkten trockenen Chlorierung des PVC-Pulvers hergestellt wurde und noch Reste an Chlor und/oder Chlorwasserstoff aus der chemischen Reaktion enthält, wird durch einen Stickstoffstrom in einem Glasrohr bei Raumtemperatur auf die Wirkfläche eines Ultraschallgebers mit einer Intensität von $40\text{W}/\text{cm}^2$ geblasen. Der kurze Moment der Ultraschallbehandlung genügt, um die Reste an Chlor und Chlorwasserstoff vollständig aus dem Pulver zu entfernen. Anschließend wird durch Evakuieren der HCl- und chlorhaltige Stickstoff vom Pulver abgesaugt. Ohne Ultraschallbehandlung ist keine merkbare Verminderung des HCl- und Chlorgehalts festzustellen.

Beispiel 5

Polyäthylenpulver, das mit Styrol gepropft wurde und noch Reste an monomerem Styrol enthält, wird in einem Wirbelbettreaktor mit Luft gewirbelt. Vor dem Eintritt in den Wirbelbettreaktor wird der Gasstrom durch einen Gasstromschwinggenerator geleitet, der mit einer Frequenz von 30 kHz arbeitet und eine Leistung von 40 Watt besitzt. Innerhalb von 15 Minuten wird das im Polyäthylen-Pfropfprodukt enthaltene Styrol aus dem Pulver entfernt und mit dem Wirbelgas aus dem Reaktor ausgetragen. Ohne Anwendung von Ultraschall dauert dieser Vorgang mehrere Stunden, ohne daß eine vollständige Entfernung des Styrols erreicht wird.

Beispiel 6

Pulver aus in Lösung chloriertem PVC, das noch 2% des Lösungsmittels Tetrachloräthan enthält, wird wie im Beispiel 4 behandelt, indem es mit Luft auf die Wirkfläche eines Ultraschallgebers mit einer Schallstärke von $50\text{W}/\text{cm}^2$ geblasen wird. Das Lösungsmittel wird auf diese Weise vollständig aus dem Polymeren entfernt.

In Betracht gezogene Druckschriften:

DE-PS 800 862

CH 536 132